

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 62-116506

(43)Date of publication of application : 28.05.1987

(51)Int.Cl.

A61K 7/16

(21)Application number : 60-257352

(71)Applicant : SUNSTAR INC

(22)Date of filing : 15.11.1985

(72)Inventor : SATO HISASHI
TAKI YUKIO

(54) GRANULAR DENTIFRICE COMPOSITION HAVING VARYING TASTE AND FLAVOR

(57)Abstract:

PURPOSE: To provide the titled composition containing a granular dentifrice base and flavor-clathrating cyclodextrin granules coated with a substance composed of shellac, a glycerol fatty acid ester and a diluent, releasing the flavor component after a definite time and giving varied taste and flavor.

CONSTITUTION: The titled composition can be produced by mixing a granular dentifrice base with flavor-clathrating cyclodextrin granules coated with a coating substance containing shellac, a glycerol fatty acid ester and a diluent at weight ratios of 10:(0.1W4.0):(10W30). The cyclodextrin granule has an average particle diameter of ≤ 0.7 mm and contains 10W40wt% coating substance. The flavor (e.g. cinnamon oil) is released from the flavor-clathrating cyclodextrin granule e.g. 60sec after application. The change of taste and flavor informs the lapse of proper period of application and, accordingly, it is not necessary to repeat the interruption of use to inspect the state of dissolution. The composition is free from defects such as the loss of desire to use caused by defoaming.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

⑫ 特許公報(B2)

平5-58404

⑮ Int. Cl.⁵

識別記号

庁内整理番号

⑭ 公告 平成5年(1993)8月26日

A 61 K 7/16

7252-4C

発明の数 1 (全5頁)

⑬ 発明の名称 香味の変化する顆粒状歯磨組成物

⑯ 特 願 昭60-257352

⑰ 公 開 昭62-116506

⑱ 出 願 昭60(1985)11月15日

⑲ 昭62(1987)5月28日

⑳ 発 明 者 佐 藤 寿 大阪府茨木市山手台6-19-15
㉑ 発 明 者 滝 行 雄 大阪府池田市神田2-7-17
㉒ 出 願 人 サンスター株式会社 大阪府高槻市朝日町3番1号
㉓ 代 理 人 弁理士 青 山 葆 外2名
審 査 官 佐 伯 と も 子

1

2

㉔ 特許請求の範囲

1 セラック、グリセリン脂肪酸エステルおよび賦形剤からなるコーティング物質で被覆した香料包接シクロデキストリン顆粒と、顆粒状歯磨ベースを混合してなることを特徴とする香味の変化する顆粒状歯磨組成物。

2 セラック：グリセリン脂肪酸エステル：賦形剤の重量比が10：0.1～4.0：10～30である前記第1項の歯磨組成物。

3 被覆した香料包接シクロデキストリン顆粒におけるコーティング物質の割合が10～40重量%である前記第1項の歯磨組成物。

4 被覆した香料包接シクロデキストリン顆粒の平均粒径が0.7 μ m以下である前記第1項の歯磨組成物。

㉕ 発明の詳細な説明

発明の分野

本発明は香味の変化する顆粒状歯磨組成物、さらに詳しくは、香味の変化により使用者が適正な使用時間を認識できる顆粒状歯磨組成物に関する。

従来技術

歯磨組成物は本来十分な口腔清浄あるいは各種疾患予防等の機能を有しているにもかかわらず、使用が不適切、特に、使用時間が充分でないため、その本来の効果を発揮しえないことがしばしばある。このような、歯磨組成物の不十分な使用

をさけるため、色の変化あるいは泡量の変化により、その適正な使用時間を知らせる歯磨組成物がすでに提案されている。

しかし、このような歯磨組成物においては、色調や泡量の変化の度合、変化に要する時間あるいは用いる色素の安全性などの点で、なかなか満足するものは見当たらない。その上、色調変化によるものは、使用時間が充分であるかどうかを知るために、使用を中断して確認を繰返す動作を行なう必要があつたり、泡量の変化によるものでは、消泡により使用意欲が減退するという欠点がある。

本発明者らは、このような欠点を解消した、使用者に適正な使用時間を明確に示すことのできる歯磨組成物を得べく鋭意検討を重ねた。その結果、香料を包接したシクロデキストリンを顆粒化し、これをある種のコーティング物質で被覆して得られる顆粒を、顆粒状歯磨ベースと組合わせることにより、目的とする歯磨組成物が得られることを見出し、本発明を完成するにいたつた。

発明の開示

本発明は、セラック、グリセリン脂肪酸エステルおよび賦形剤からなるコーティング物質で被覆した香料包接シクロデキストリン顆粒と、顆粒状歯磨ベースを混合してなる香味の変化する顆粒状歯磨組成物を提供するものである。本発明の歯磨組成物においては、使用中、一定時間後、例え

3

ば、少なくとも60秒後に、香料包接シクロデキストリン顆粒から香料が放出され、香味が変化し、それにより、適正な使用時間の経過が表示され、使用を中断して確認を繰返す必要もなく、また、消包により使用意欲が減退するなどの欠点もない。

本発明の歯磨組成物における香料包接シクロデキストリン顆粒は、香料を包接したシクロデキストリンを顆粒化し、これを該コーティング物質で被覆したものである。

香料は特に限定するものではなく、本発明の目的に適するものいずれでもよく、例えば、シンナモンオイル、クローブオイル、キヤラウエイオイル、ペパーミントオイル、スベアミントオイル、コリアンダーオイル、ローズマリーオイル、ユーカリオイル、カルダモンオイル、アニスオイル、オレンジオイル、レモンオイル、シダーウッドオイル、ゼラニウムオイル、ライムオイル、メースオイル、ベルガモットオイル、ジャスミンオイル、ラベンダーオイル、ワインリースオイル、セージオイル、タイムオイル、ローレルオイルなどの天然精油類、メントール、ベンジルアルコール、エチルアルコール、シネオール、フェニルプロピルアルコール、ブチルアルコール、イソプロピルアルコール、ボルネオール、フェネチルアルコール、リナロール、プロピレングリコール、ゲラニオール、 α -テルピネオール、フェネチルアルコール、ヘキサノール、オクチルアルコール、プロピルアルコールなどのアルコール類、シンナミツクアルデヒド、ベンズアルデヒド、ブタナール、アニスアルデヒド、オクタナール、デカナール、2-メチルウンデカナール、trans-2-ヘキセナール、シトラールなどのアルデヒド類、チモール、イソオイゲノール、バニリン、ブルボナールなどのフェノール類、ジャスミン、ジエチルケトン、メントン、エチルアミルケトン、カンファール、ブタノン、エチルマルトール、カルボン、メチルノニルケトン、 α -、 β -、 γ -イオノン、ヌートカトン、ジヒドロジャスモン酸メチル、マルトール、フラネオール、メチルプロピルケトン、メチルn-アミルケトン、メチルヘプチルケトン、メチルオクチルケトンなどのケトン類、エチルカプロエート、メチルブチレート、エチルカプリレート、シンナミルアセテート、アリ

4

ルカプロエート、イソアミルカプロエート、エチルラクテート、ベンジルベンゾエート、メチルシンナメート、エチルフェニルアセテート、ベンジルサリシレート、メチルN-メチルアントラニレート、メンチルアセテート、メチルサリシレート、ブチルアセテート、エチルプロピオネート、エチルアセテート、エチルアセトアセテート、メンチルホルメート、リナリルカプロエート、メチルアセテート、イソアミルアセテート、エチルイソブチレート、エチルブチレート、ゲラニルプロピオネート、シンナミルプロピオネート、ベンジルブチレート、イソアミルブチレート、ベンジルイソブチレート、イソアミルイソバレレート、ゲラニルイソバレレート、エチルレブリネート、メチル β -メチルチオプロピオネート、エチルベンゾエートなどのエステル類、その他メントフラン、リナロールオキサイド、 γ -デカラクトン、リモネン、アネトール、シトラールジエチルアセタール、ローズオキサイド、1, 8-シオネール、2-メチルピラジン、 γ -ヘプチルブチロラクトン、 γ -アミルブチロラクトン、ヘキサノール、メチルフェニルグリシド酸エチルなどが包含される。

これらの香料の包接に用いるシクロデキストリンは、通常、 β -シクロデキストリンであるが、 α -または γ -シクロデキストリンも使用できる。シクロデキストリンによる香料の包接は公知の方法に従って行なうことができ、例えば、シクロデキストリンと香料の混合物に水を加え、一昼夜振とう後、固形物を濾取し、乾燥すればよく、シクロデキストリンと香料の割合は適宜選択できるが、通常、 β -シクロデキストリン100重量部に対し、香料5~30重量部程度が適当である。

香料を包接したシクロデキストリンは粉末であり、本発明においては、結合剤あるいは結合剤と賦形剤を用い、常法により、コーティング物質で被覆できる粒径（平均粒径約0.1mm以上）の顆粒状に造粒する。用いる結合剤、賦形剤は通常のものでよく、例えば、結合剤としては、ヒドロキシエチルセルロース、ヒドロキシプロピルメチルセルロース、メチルセルロース、エチルセルロース、カルボキシメチルセルロースナトリウム、ポリビニルピロリドン、ポリビニルアルコール、ポリビニルアセテート、ポリエチレングリコール、

5

澱粉類、デキストリン、アラビアガム、トラガントガム、グアガム、カラギーナン、アルギン酸ナトリウム、ゼラチン、グルテンなどが挙げられる。賦形剤としては、ソルビット、乳糖などの糖類、トウモロコシ澱粉、パレイシヨ澱粉などの澱粉類、硫酸カルシウム、無水ケイ酸、リン酸カルシウムなどが挙げられる。これらの結合剤、賦形剤は、いずれも、単独でも2種以上併用してもよく、その使用量は特に限定するものではないが、通常、香料包接デキストリン100重量部に対し、合計で10~500重量部程度である。

被覆に用いるコーティング物質は、基本的に、セラック、グリセリン脂肪酸エステルおよび賦形剤の混合物である。セラック、は精製セラック白色セラックのいずれでもよい。グリセリン脂肪酸エステルとしては、グリセリルモノステアレート、グリセリルモノオレエート、グリセリルジステアレート、グリセリルジオレエートおよびこれらの混合物などが挙げられる。また、賦形剤としては、前記の香料包接シクロデキストリンの顆粒化において例示したと同様なものが挙げられ、単独でも、2種以上併用してもよい。使用者に適正な使用時間、例えば、60秒以上の使用時間を認識させるために、好ましくは、コーティング物質におけるセラック：グリセリン脂肪酸エステル：賦形剤の重量比を10：0.1~4.0：10~30とする。グリセリン脂肪酸エステルのセラックに対する割合がこれにより多くなると、歯磨時に包接香料の放出が早くなりすぎ、一方、少なくなると、顆粒のケーキングが生じ、また、通常のブラッシングでは崩壊し得ない強固な顆粒となるので、前記の割合が好ましい。また、賦形剤のセラックに対する割合が前記範囲より多くなると、コーティング物質による被覆が非常にもろくなり、歯磨時のブラッシングで直ちに崩壊して包接香料を放出する顆粒となり、一方、少なくなると、顆粒からの香料放出が非常に緩慢で、香味の変化が不明瞭となり、本発明の目的には適さなくなるので、前記の割合が好ましい。所望により、コーティング物質は、着色量などの他の添加剤を適量含有してもよい。

香料包接シクロデキストリン顆粒のコーティング物質による被覆は常法に従って行なうことができ、例えば、セラックとグリセリン脂肪酸エス

6

ルの適当濃度のエタノール溶液を30~40℃で該顆粒に噴霧しながら、同時に、適当量の賦形剤を添加して被覆を行ない、噴霧終了後、50℃で乾燥すると所望の被覆された顆粒が得られる。被覆するコーティング物質の厚さも包接香料の放出、すなわち、適正な使用時間の認識に影響を及ぼすもので、得られた被覆顆粒全量に基づくコーティング物質の割合が10~40重量%となるような厚さにすることが好ましい。コーティング物質の厚さが薄すぎると、均一な被覆が行なえず、薄いところがすぐに崩壊し、包接香料の放出が早くなりすぎ、一方、厚すぎると、所定の時間に包接香料の放出が起こらない。なお、被覆した香料包接シクロデキストリン顆粒の粒径は平均粒径0.7mm以下が好ましく、0.7mmを超えると口腔内で異物感を生じやすくなる。

本発明の歯磨組成物は、かくして得られた被覆顆粒を顆粒状歯磨ベースと混合してなる。

顆粒状歯磨ベースは、通常の歯磨組成物に用いられる成分を、前記のごとき結合剤や賦形剤を用い、常法により造粒した、例えば、平均粒径0.3~1.0mmの顆粒である。これらの成分としては、炭酸カルシウム、第二リン酸カルシウム（二水塩、無水物）、無水ケイ酸、水酸化アルミニウム、アルミナ、ピロリン酸カルシウム、ケイ酸アルミニウム、不溶性メタリン酸ナトリウム、リン酸マグネシウム、炭酸マグネシウムおよびこれらの混合物のような研磨剤、ラウリル硫酸ナトリウム、ラウロイルサルコシンナトリウム、シヨ糖脂肪酸エステルおよびこれらの混合物などの発泡剤、サツカリン、ステビオサイド、グリチルリチン、アスパルテムなどの甘味剤、その他殺菌剤、防腐剤、香料、着色料、各種薬効成分などが挙げられる。また、ベース自体の矯味矯臭のため、シクロデキストリンに包接させた香料とは異なる香味の香料も用いられる。これらの成分の配合量は通常の歯磨組成物に準じて適宜選択することができる。

被覆した香料包接シクロデキストリン顆粒と顆粒状歯磨ベースの混合割合は特に限定するものではなく、口腔内で放出される包接香料の濃度が閾値以上となる割合で任意に混合することができる。通常、顆粒状歯磨ベース：被覆包接香料顆粒の重量比が10：0.5~3が好ましい。

7

8

実施例

つぎに参考例および実施例を挙げて本発明をさらに詳しく説明する。なお、「部」とあるのは、いずれも重量部を意味する。

参考例 1

つぎの処方に従って香料を調整した。

成分	重量%
メントール	40
ペパーミントオイル	40
カルボン	5
アネトール	7
オレンジオイル	3
レモンオイル	2
クローブオイル	1
ベンジルアルコール	0.1
エチルアミルケトン	0.9
エチルブチレート	0.1
リナリルカプロエート	0.9

得られた香料2.34部およびβ-シクロデキストリン23.40部に水150容量部を加え、一昼夜振とうした。ついで、混合物を吸引濾過し、濾取した固形物を45℃にて24時間送風乾燥して香料包接シクロデキストリン粉末を得た。遠心型流動層装置により、この粉末を、トウモロコシ澱粉49.41部およびヒドロキシプロピルセルロース1.60部（5%水溶液として用いる）で造粒し、ついで、30~40℃で、セラック7.5部、グリセリルモノステアレート0.75部（エタノール50容量部中溶液として使用）およびトウモロコシ澱粉15部で被覆し、平均粒径0.30~0.59mmの被覆した香料包接シクロデキストリン顆粒（コーティング物質含量23.25%、セラック：グリセリン脂肪酸エステル：賦形剤=10：1：20）を得た。

参考例 2

つぎの処方に従って香料を調製した。

成分	重量%
メントール	30
ペパーミントオイル	10
カルボン	10
スペアミントオイル	30
アネトール	10
ライムオイル	3
レモンオイル	3
メースオイル	1

ベルガモットオイル	2
イソアミルバレレート	0.5
イソアミルアセテート	0.5

参考例 1 と同様に、得られた香料2.5部、β-シクロデキストリン25部、トウモロコシ澱粉54.5部およびヒドロキシプロピルメチルセルロース2部を用い、香料包接シクロデキストリン顆粒を得た。この顆粒をセラック5部、グリセリルジステアレート1部および炭酸カルシウム10部で被覆し、平均粒径0.30~0.59mmの被覆した香料包接シクロデキストリン顆粒（コーティング物質含量16%、セラック：グリセリン脂肪酸エステル：賦形剤=10：2：20）を得た。

参考例 3

つぎの処方に従い、常法により、平均粒径0.30~0.59mmの顆粒状歯磨ベースを調製した。

成分	重量%
第二リン酸カルシウム	70.06
ラウリル硫酸ナトリウム	2.00
D-ソルビット	14.00
トウモロコシ澱粉	11.00
ヒドロキシプロピルセルロース	0.50
サツカリナトリウム	0.20
殺菌剤および防腐剤	0.10
香 料	1.30
モノフルオロリン酸ナトリウム	0.84

香料の組成はつぎのとおりである。

成分	重量%
メントール	35.0
ペパーミントオイル	50.0
カルボン	1.0
アネトール	5.0
シンナモンオイル	3.0
コリアンダーオイル	3.0
ジャスモン	0.5
メンチルアセテート	0.5
メチルサリシエート	1.0
チモール	1.0

参考例 4

参考例 3 と同様に、平均粒径0.59~0.84mmの顆粒状歯磨ベースを調製した。

参考例 5

つぎの処方に従い、常法により、平均粒径0.30~0.59mmの顆粒状歯磨ベースを調製した。

9

10

成分	重量%
炭酸カルシウム	81.10
N-ラウロイルサルコシナトリウム	0.50
ミリスチル硫酸ナトリウム	1.30
乳糖	15.00
ヒドロキシプロピルメチルセルロース	0.40
サツカリナトリウム	0.20
殺菌剤および防腐剤	0.10
香 料	1.40

香料の組成はつぎのとおりである。

成分	重量%
メントール	25.0
ペパーミントオイル	10.0
カルボン	10.0
スベアミントオイル	40.0
アネトール	10.0
ユーカリオイル	1.0
クローブオイル	1.0
シダーウッドオイル	1.0
エチルアルコール	1.0
カンファー	0.2
エチルアセテート	0.8

実施例 1～6

参考例 1 および 2 で得られた被覆包接香料顆粒

および参考例 3～5 で得られた顆粒状歯磨ベースを、つぎの第 1 表に示す割合（重量比）で混合し、所望の顆粒状歯磨組成物を得た。得られた歯磨組成物の、口腔内において香味の変化が認識されるに至る平均所要時間（秒）および異物感の有無について評価した結果も第 1 表に示す。

第 1 表

実施例 No.	被覆包接香料顆粒	歯磨ベース	香料顆粒／ベース混合割合	香味変化認識所要時間(秒)	異物感の有無
1	参考例1	参考例3	10/1	110	無
2	// 1	// 3	10/2	//	//
3	// 1	// 3	10/3	//	//
4	// 2	// 3	10/2	80	//
5	// 1	// 4	//	110	//
6	// 2	// 5	//	80	//

以上記載したごとく、本発明の歯磨組成物は、使用中に、明瞭な香味の変化により適正な使用時間の経過を示すことができ、使用を中断して確認を繰返す必要もなく、また、消泡による使用意欲の減退などの欠点もない。